

Министерство образования и науки РФ

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК 546.64, 538.958

УТВЕРЖДАЮ  
Проректор по науке  
\_\_\_\_\_ Кружаев В.В.  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2013

## ОТЧЕТ

### О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.1.2.2.3 Плана реализации мероприятий Программы  
развития УрФУ на 2013 год

ПО ТЕМЕ:

«Получение лазерных керамик с широкой полосой усиления  
и исследование их характеристик»

(Заключительный)

Договор возмездного оказания услуг (выполнения работ, на создание  
произведения) №1.2.2.3/50

Зав.кафедрой

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

Кащев И.Д.

Научный руководитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

Кийко В.С.

Исполнитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

Максимов Р.Н.

Екатеринбург 2013

## Реферат

1. **ФИО автора (ов):** Максимов Роман Николаевич; Roman N. Maksimov
2. **Аннотация:** Сообщается о синтезе лазерных керамик на основе  $\text{Re}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$  ( $\text{Re}^{3+}=\text{Nd}^{3+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$ ,  $\text{Ho}^{3+}$ ) с широкой полосой люминесценции, реализуемой благодаря введению изо- и гетеровалентных ионов  $\text{Lu}^{3+}$ ,  $\text{Zr}^{4+}$ ,  $\text{Hf}^{4+}$ . Нанопорошки приготавливались по двум подходам, в которых введение примесных ионов осуществлялось путём механического смешивания необходимых компонентов (первый подход) либо непосредственно в процессе лазерного испарения твердой мишени сложного химического состава (второй подход). Показано, что наилучшими характеристиками обладают керамики, синтезированные по второму подходу. Светопропускание  $\text{Ho}:\text{Y}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ ,  $\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3\text{--HfO}_2$  и  $(\text{Yb}:\text{Lu}_x\text{Y}_{1-x})_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$  керамик достигает, соответственно 82.1, 79.8 и 80.6% на длине волны 1.06 мкм. В керамиках с добавками циркония и гафния имеет место уширение полос излучения на лазерных переходах ионов неодима с 10 до 37 нм и ионов иттербия до 75 нм. Показано, что эффективное время жизни уровня  $^4\text{F}_{3/2}$  иона  $\text{Nd}^{3+}$  уменьшается на 5-6 % при введении в оксид иттрия 12 мол. %  $\text{ZrO}_2$  и увеличивается на ~15% при добавке 10 мол.%  $\text{HfO}_2$ .  
**Abstract:** The fabrication of  $\text{Re}:\text{Y}_2\text{O}_3$ -based ( $\text{Re}^{3+}=\text{Nd}^{3+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$ ,  $\text{Ho}^{3+}$ ) transparent ceramics with broad luminescence bandwidth realized by doping with iso- and heterovalent ions ( $\text{Lu}^{3+}$ ,  $\text{Zr}^{4+}$ ,  $\text{Hf}^{4+}$ ) is reported. These ions were introduced in nanopowder by mechanical mixing of required oxides (1<sup>st</sup> approach) or directly in the process of laser evaporation of target with complex chemical composition (2<sup>nd</sup> approach). It was shown that ceramics of the second approach possess better characteristics. The transmittances of  $\text{Ho}:\text{Y}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ ,  $\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3\text{--HfO}_2$  and  $(\text{Yb}:\text{Lu}_x\text{Y}_{1-x})_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$  ceramics reach, respectively 82.1, 79.8 and 80.6% at the wavelength of 1.06 μm. The additives of zirconium and hafnium broaden the luminescence bands of laser transitions from 10 to 37 nm and to 75 nm for  $\text{Nd}^{3+}$  and  $\text{Yb}^{3+}$  ions, respectively. It is shown that effective lifetime of  $^4\text{F}_{3/2}$  level for  $\text{Nd}^{3+}$  ion reduces by 5-6% at 12 mol.%  $\text{ZrO}_2$  doping concentration and enhances by ~15% at 10 mol. %  $\text{HfO}_2$ .
3. **Ключевые слова:** нанопорошок, керамика, спектр люминесценции, время жизни, лазерная генерация; nanopowder, ceramics, luminescence spectrum, lifetime, laser oscillation.
4. **Тема отчета:** Получение лазерных керамик с широкой полосой усиления и исследование их характеристик; Fabrication and characteristics of laser ceramics with broad emission bandwidth.

## Содержание

1. Обозначения и сокращения .....	4
2. Введение .....	5
3. Объекты исследования .....	6
3.1. Получение и характеристики $(Yb:Lu_xY_{1-x})_2O_3-ZrO_2$ керамик .....	6
3.2. Получение и характеристики $(Nd_{0.01}Y_{0.99})_2O_3-HfO_2$ керамик .....	6
3.3. Получение и характеристики $(Ho_{0.01}Y_{0.99})_2O_3-ZrO_2$ керамик .....	14
4. Заключение .....	16
5. Список использованных источников .....	17
6. Приложения .....	18

## 1. Обозначения и сокращения

- |    |         |  |
|----|---------|--|
| 1. | μм      | сокр. микрометр ( $10^{-6}$ м)   |
| 2. | нм      | сокр. нанометр ( $10^{-9}$ м)  |
| 3. | Yb:YAG  | сокр. формула химического соединения Yb:Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub> (иттрий-алюминиевый гранат, в котором часть катионов Y <sup>3+</sup> замещена на Yb <sup>3+</sup> ) |
| 4. | FWHM    | англ. Full Width at Half Maximum (полная ширина на полувывсоте максимума)  |
| 5. | фс      | сокр. фемтосекунда ( $10^{-15}$ с)   |
| 6. | мол. %  | сокр. мольный %  |
| 7. | мс      | сокр. миллисекунда ( $10^{-3}$ с)  |
| 8. | масс. % | сокр. массовый %   |

## 2. Введение

Одной из важнейших задач лазерной физики и квантовой электроники является создание мощных лазеров с фемтосекундной длительностью импульса. С помощью таких лазеров можно получить плотность мощности, необходимую для инициирования лазерного термоядерного синтеза. Для реализации импульсов ультракороткой длительности необходимы лазерные среды с широкой полосой усиления.

В настоящее время в качестве активных сред фемтосекундных лазеров широко используются твердотельные материалы – монокристаллы и стёкла, активированные редкоземельными ионами. Однако современным техникам роста кристаллов с оптимальными термомеханическими свойствами присущи следующие недостатки: дороговизна и длительность процесса изготовления, объем активной среды не превышает  $1\text{ см}^3$ , сложность массового производства. Лазерные стекла вследствие своей низкой теплопроводности не позволяют работать на высокой частоте повторения импульсов. Оптическая керамика лишена вышеперечисленных недостатков, а ее генерационные характеристики не уступают тем, что достигаются в монокристаллах [1].

После демонстрации возможности получения эффективной лазерной генерации в поликристаллических материалах, за достаточно короткое время были выявлены два подхода получения высокопрозрачной беспористой керамики, которые заключаются в использовании горячего изостатического прессования на завершающей стадии приготовления [2], либо в применении спекающих добавок [3]. Второй вариант представляется более предпочтительным, поскольку является не только более дешёвым и быстрым, но и позволяет увеличить ширину спектральной линии генерационного перехода. Дело в том, что при введении примесных ионов в материал-матрицу кристаллическое поле в позициях отдельных ионов-активаторов становится неодинаковым. Это приводит к образованию в материале энергетической зоны штарковских уровней, а значит и к уширению полосы генерационного перехода.

Впервые целенаправленное введение добавок для этих целей исследовалось в работах [4,5]. В них показано, что замещение части катионов  $\text{Al}^{3+}$  на  $\text{Sc}^{3+}$  в решетке  $\text{Yb:YAG}$  приводит к уширению полосы люминесценции иона  $\text{Yb}^{3+}$  с 8.5 до 12.5 нм (FWHM), а длительность лазерного импульса при этом составила 280 фс. В дальнейшем за счёт введения в данный материал комплексных добавок  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  совместно с  $\text{Gd}_2\text{O}_3$  и  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  удалось получить полосу люминесценции шириной 14.4 нм (FWHM), что позволило сократить длительность импульса до 112 фс.

К настоящему времени генерация фемтосекундных импульсов получена не только в образцах керамик с разупорядоченной кристаллической структурой, но и в упорядоченной керамике на основе некоторых сесквиоксидов (например,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Lu}_2\text{O}_3$ ), допированных ионами  $\text{Yb}^{3+}$ . В этом случае даже без введения разупорядочивающих добавок ширина полосы люминесценции иона  $\text{Yb}^{3+}$  составляет около 15 нм. Так, в работе [6] сообщается о генерации импульсов длительностью 188 фс в керамике  $\text{Yb:Y}_2\text{O}_3$ .

Наиболее впечатляющие результаты в этом направлении были достигнуты при использовании комбинированной керамической среды. Импульсы длительностью 65 фс получены на керамической паре  $\text{Yb:Lu}_2\text{O}_3\text{--Y}_2\text{O}_3$  с общей шириной полосы усиления 18.9 нм [7]. Ещё более короткая длительность (53 фс) была реализована при

использовании другой керамической пары –  $\text{Yb:Sc}_2\text{O}_3\text{--Yb:Y}_2\text{O}_3$  с общей шириной полосы усиления 27.3 нм [8].

В настоящей работе сообщается о результатах синтеза и исследования характеристик высокопрозрачных керамик на основе  $\text{Re}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$  ( $\text{Re}^{3+}=\text{Nd}^{3+}, \text{Yb}^{3+}, \text{Ho}^{3+}$ ) с применением спекающих добавок.

### 3. Объекты исследования

#### 3.1. Получение и характеристики $(\text{Yb:Lu}_x\text{Y}_{1-x})_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ керамик

В качестве данной части отчёта прилагается рукопись статьи "Керамика с разупорядоченной структурой кристаллического поля", направленная в редакцию журнала "Известия вузов. Физика" для публикации (см. 6. Приложения).

#### 3.2. Получение и характеристики $(\text{Nd}_{0.01}\text{Y}_{0.99})_2\text{O}_3\text{--HfO}_2$ керамик

В ходе проведения предыдущего этапа было выявлено, что керамики, приготовленные из смесевых нанопорошков, характеризуются большим светорассеянием на границах кристаллитов и не могут быть использованы в качестве активной лазерной среды. Поэтому все последующие образцы изготавливались из нанопорошков с основной фазой. Стоит отметить, что все порошки и керамики на их основе изготавливались в лаборатории квантовой электроники Института электрофизики УрО РАН, которая на сегодняшний день является лидером в России в области получения лазерных поликристаллических материалов. Во второй части настоящего отчёта приводятся результаты синтеза и исследования свойств  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$  керамики со спекающей добавкой  $\text{HfO}_2$ . Метод лазерного синтеза подробно изложен в [9]. Полученные нанопорошки обладали следующими характеристиками.

На вставке рис. 1 приведена фотография наночастиц  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$ , полученная с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM 2100. Видно, что частицы слабоагломерированы и имеют форму, близкую к сферической. Согласно функции распределения (рис. 1), средний размер наночастиц составляет ~14 нм. Удельная поверхность порошка, измеренная методом BET, была  $50.74 \text{ м}^2/\text{г}$ . Рентгенофазовый анализ (дифрактометр D/Max-2200V/PC) данного порошка (рис. 2,а) показал, что материал содержит только моноклинную кристаллическую фазу с параметрами решетки:  $a=1.392 \text{ Å}$ ,  $b=3.494 \text{ Å}$ ,  $c=8.611 \text{ Å}$ ,  $\beta=101.2^\circ$ .

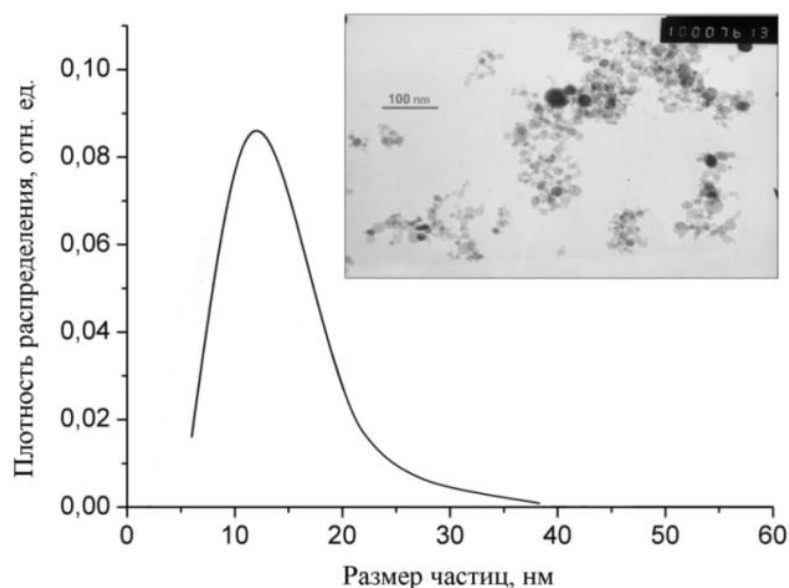


Рис. 1 – Функция распределения частиц по размерам нанопорошка Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. На вставке приведена фотография наночастиц.

Фазовое превращение наночастиц из моноклинной в кубическую фазу возможно по двум сценариям: в процессе прокаливания нанопорошка либо на стадии атмосферного обжига/вакуумного спекания компакта. Решающую роль в этом выборе сыграли исследования кинетики спекания в dilatометре NETZSCH DIL 402C/3/G. Результаты этих измерений приведены на рис 3. Видно, что усадка в моноклинном непрокаленном нанопорошке начинается раньше, чем в обожжённом кубическом, что обусловлено меньшим содержанием летучих в последнем. Также стоит отметить, что при относительной плотности компакта 0.66 фазовое превращение из моноклинной в кубическую фазу происходит при  $T=725.7^{\circ}\text{C}$ , а при относительной плотности 0.55 – при  $751.5^{\circ}\text{C}$ . Таким образом, чем выше плотность, тем при меньшей температуре происходит фазовое превращение в компакте. Важным оказалось то, что усадка компактов, в которых происходит фазовое превращение в процессе спекания хуже при тех же температурах, чем в тех, где этот процесс прошёл заранее, в нанопорошке. По-видимому, это связано с процессом более значительной агрегации частиц вследствие выделения энергии при фазовом превращении в нанопорошке. Причем этот процесс проявляется тем сильнее, чем выше плотность компактов. Большая агрегация частиц при фазовом превращении в компакте, вероятно, была причиной меньшей прозрачности керамик, приготовленных из таких нанопорошков. Поэтому в дальнейшем превращение из моноклинной в кубическую фазу производилось путем прокаливания нанопорошка, а не компакта.

Согласно данным РФА, содержание кубической фазы в нанопорошке Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при обжиге  $1000^{\circ}\text{C}$  в течение 30 минут составляет 100%. (рис. 2,b), а удельная поверхность порошка составляла  $17.92\text{ м}^2/\text{г}$ , т.е. размер частиц увеличивался с 12 до 69 нм. После прокаливания происходит неизбежная агломерация порошка (рис. 4), в результате чего наночастицы образуют цепочки и каркасы.

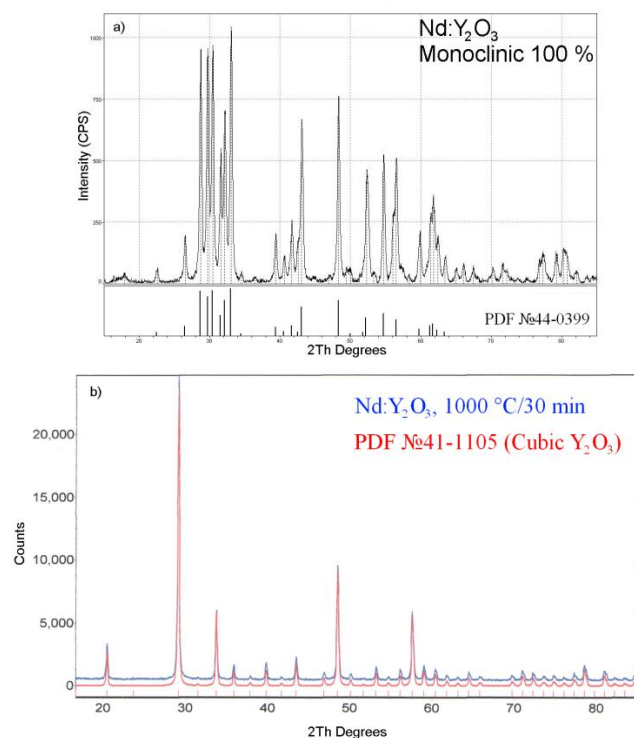


Рис. 2 – Рентгенофазовый анализ нанопорошка  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$  до (а) и после (б) атмосферного обжига при температуре 1000°C в течение 30 минут

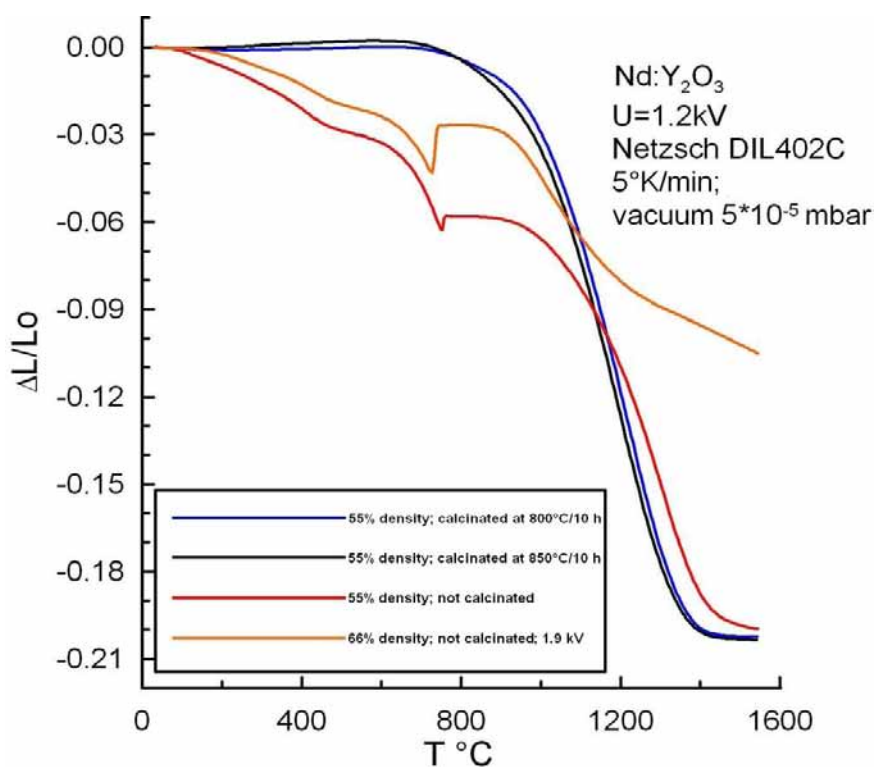


Рис. 3 – Дилатометрические исследования спекания компактов



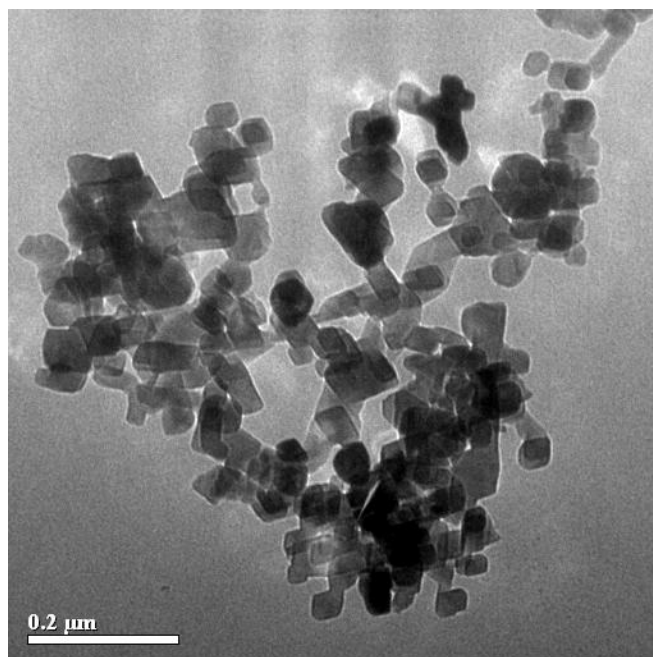


Рис. 4 – Фотография нанопорошка после обжига в течение 30 минут при температуре 1000°C

Наличие в порошке примесных ионов затрудняет фазовый переход вследствие того, что припекание наночастиц и образование зерна критического размера через прослойку другого вещества (в данном случае,  $\text{HfO}_2$ ) происходит медленнее. Так, даже при увеличении температуры прокаливания до 1100°C и неизменном времени выдержки (30 минут) нанопорошки с добавками 6 и 10 мол.%  $\text{HfO}_2$  (рис. 5, c-d, дифрактометр D8 Discover) по-прежнему содержат некоторое количество моноклинной фазы (~10 и 11 масс.%, соответственно). Для ликвидации следов метастабильной фазы все порошки обжигались в течение 3 часов при температуре 1100°C.

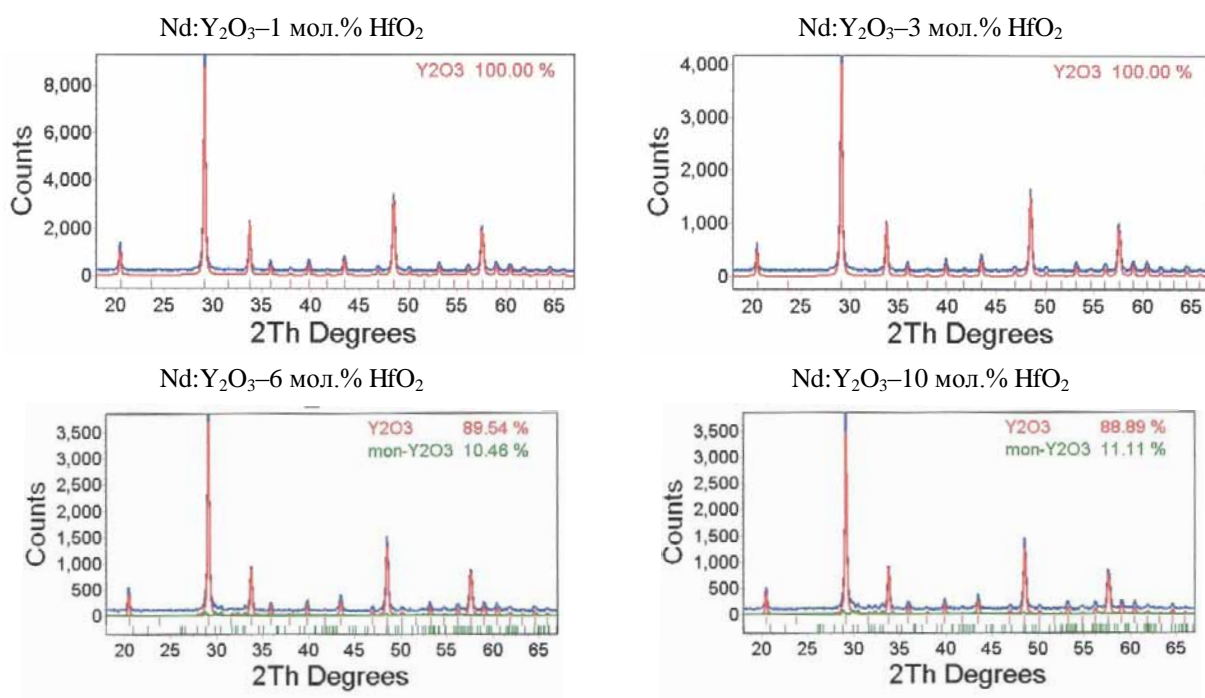


Рис. 5 – Рентгенограммы нанопорошков сложного состава после обжига 1100°C в течение 30 минут

Представляет интерес вопрос о растворимости добавок  $\text{HfO}_2$  в решётке  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Согласно закону Вегарда, параметр  $a$  твёрдого раствора материалов с одинаковой структурой решётки может быть найден путём линейной интерполяции между параметрами решётки исходных соединений [10]. Однако, как видно из графика рис. 6, ни одно из экспериментальных значений параметра решётки не удовлетворяет рассчитанному по закону Вегарда. Таким образом, независимо от температурной обработки, добавки  $\text{HfO}_2$  полностью не растворяются в нанопорошках на основе  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , что может привести к образованию посторонних фаз с отличающимся показателем преломления как в случае керамик, полученных из смеси нанопорошков.

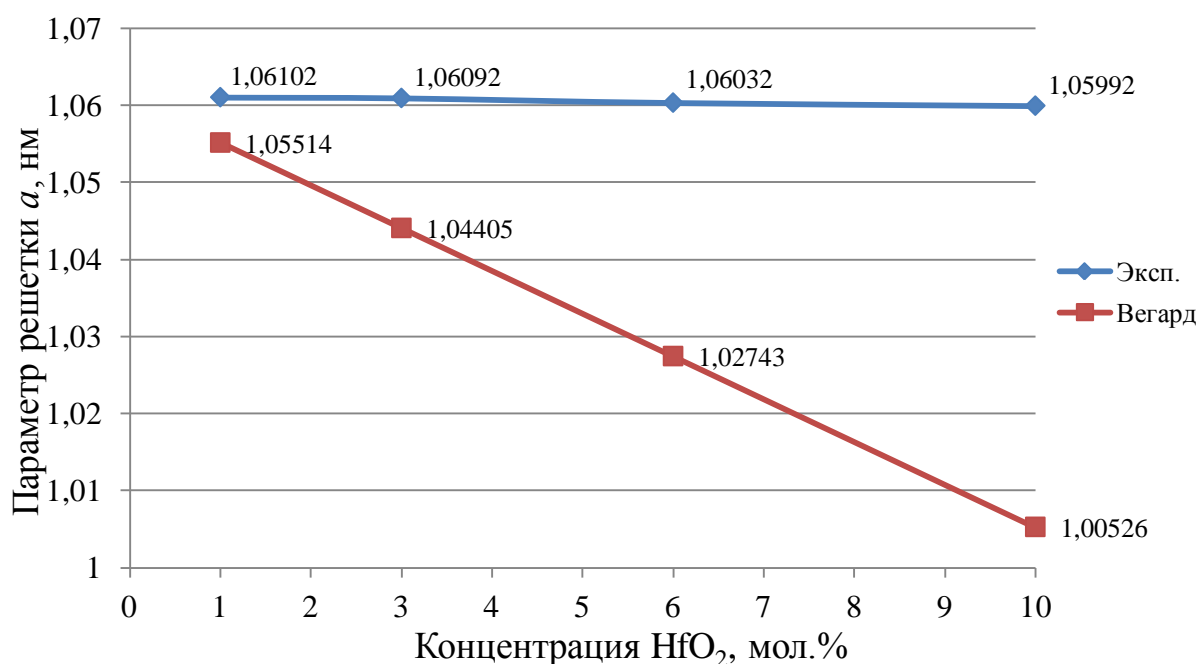


Рис. 6 – Зависимость параметра решётки материала от концентрации  $\text{HfO}_2$

После атмосферного обжига следовало компактирование нанопорошков в диски диаметром 14–15 мм и толщиной 3–4 мм методом одноосного статического прессования давлением 200 МПа. Относительная плотность компактов составляла ~46%. Далее компакты прокаливались в атмосферной печи при температуре 800°C в течение 3 часов для удаления органики. Спекание производилось в вакуумной печи при температуре 1780°C в течение 20 часов. Далее полученные образцы подвергали просветляющему обжигу на воздухе при температуре 1300°C в течение 3 часов. Блок-схема технологического маршрута приведена на рис. 7.

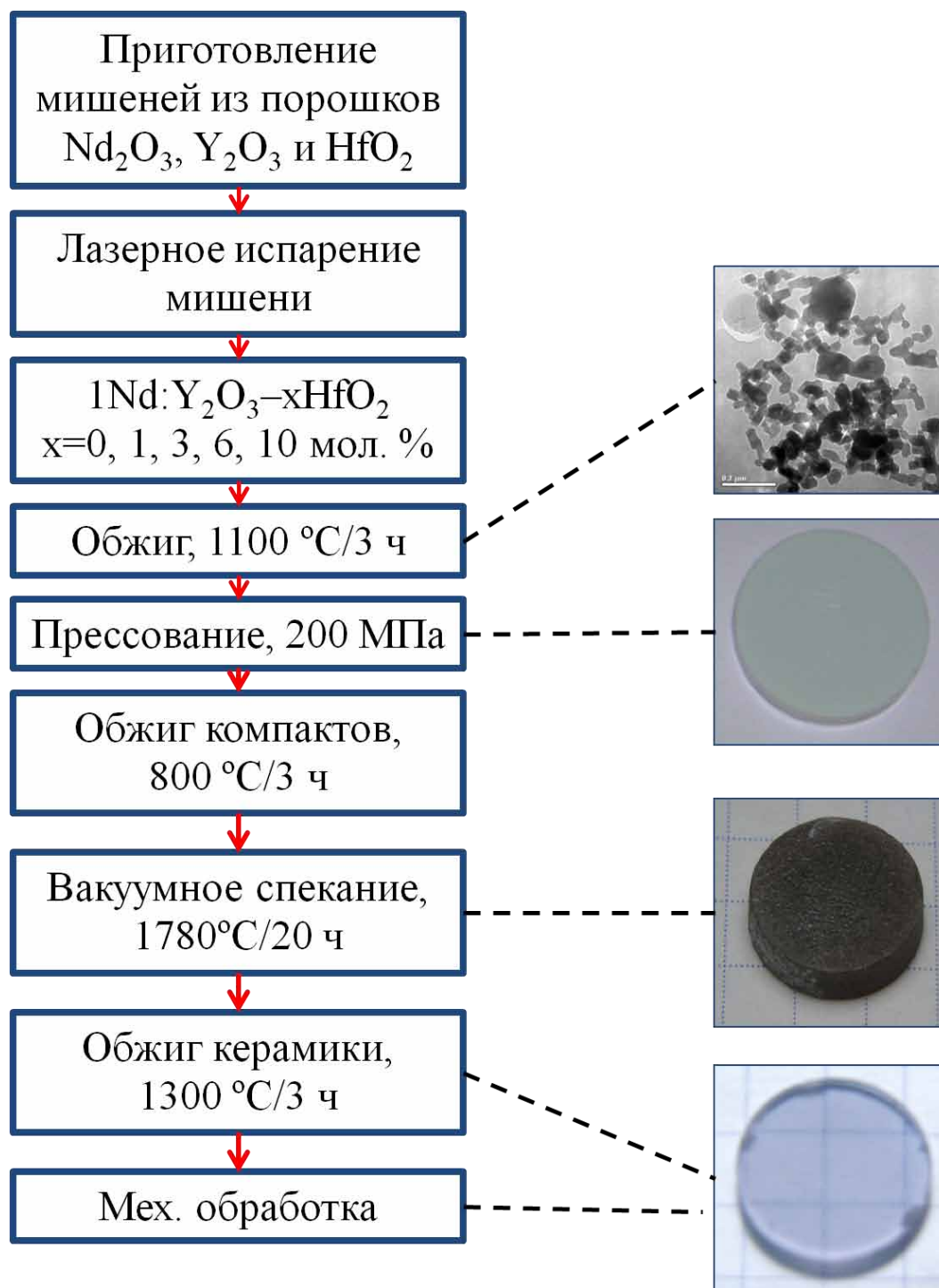


Рис. 7 – Блок-схема экспериментов по получению Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-HfO<sub>2</sub> керамик

Керамики, содержащие в своём составе менее 3 мол.% HfO<sub>2</sub> оказались непрозрачны. Фотографии образцов с 3, 6 и 10 мол.% диоксида гафния представлены на рис. 8. Главной причиной отсутствия светопропускания у образцов с меньшим количеством диоксида гафния является закрытая пористость. В процессе усадки компакта из-за значительной агломерации нанопорошка (рис. 4) происходит "замораживание" пустот, а дальнейший выход пор по вакансиям или дислокациям становится невозможным ввиду малой концентрации спекающей добавки.

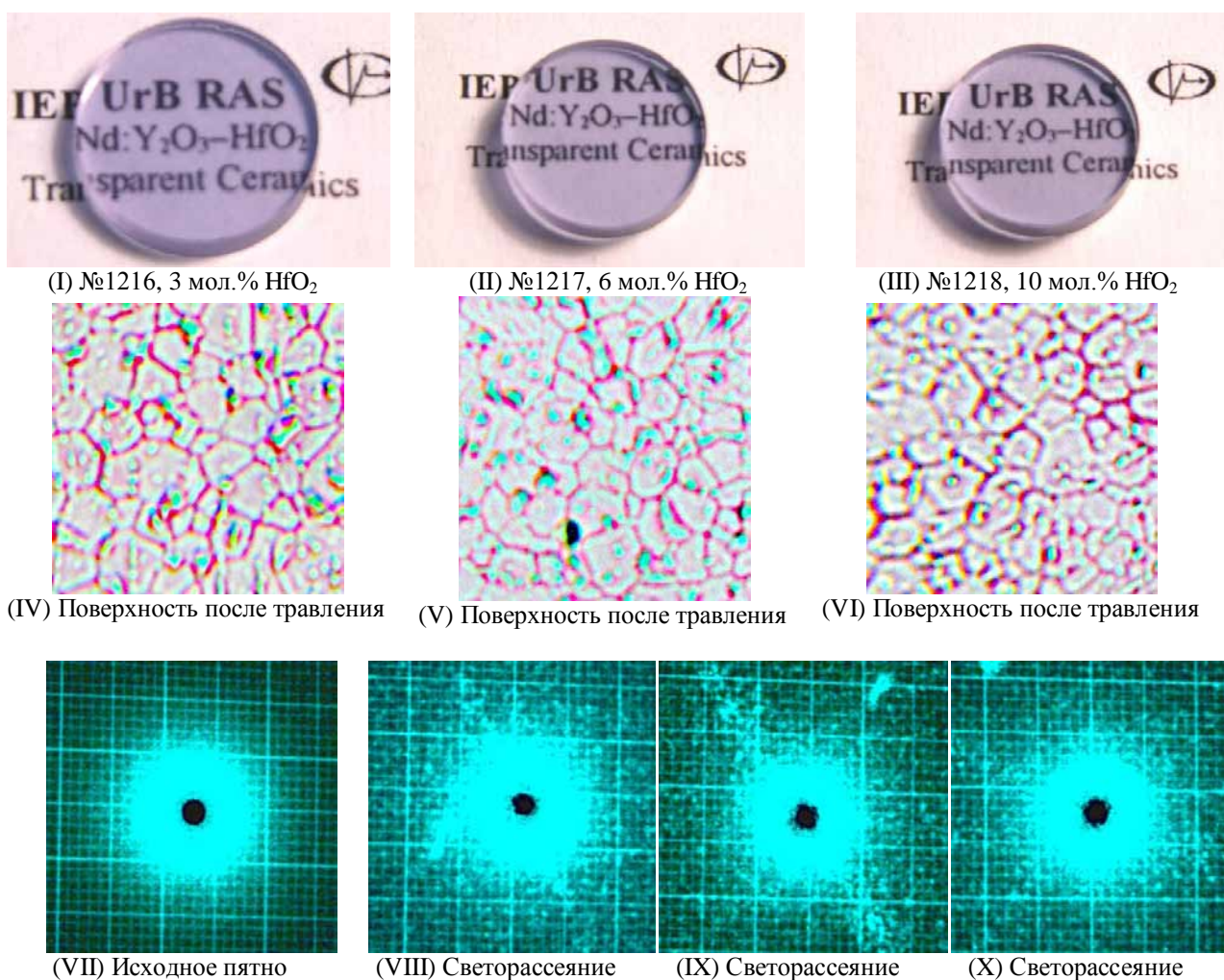


Рис. 8 – Фотографии синтезированных образцов (I-III), морфология их поверхности после термотравления 1400°C в течение 5 часов (IV-VI), изображения пятна излучения He-Ne лазера: исходное (VII) и прошедшее через образец (VIII-X)

Размеры кристаллитов керамик определялись с помощью оптического микроскопа OLYMPUS BX51TRF после полировки и термического травления поверхности при температуре 1350°C в течение 5 часов (рис. 8, IV-VI, размер кадра ~20  $\mu\text{m}$ ). Независимо от содержания диоксида гафния, средний размер кристаллитов керамики составлял 6  $\mu\text{m}$ . Следовательно, при данном режиме спекания для всех концентраций HfO<sub>2</sub> реализуется одинаковая зависимость скорости роста зёрен от времени.

Спектры пропускания керамик (рис. 9) регистрировались при комнатной температуре с помощью двухлучевого спектрофотометра Shimadzu UV-1700. На этом же графике приведена теоретическая зависимость, рассчитанная по значениям показателя преломления Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> для различных длин волн [11]. Прозрачность образцов, содержащих 3, 6 и 10 мол.% составляла, соответственно 78.1, 79.8 и 79.8% на длине волны 1.06  $\mu\text{m}$  при теоретической прозрачности 81.9% для беспримесного Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. В то же время, по фотографиям рассеяния излучения He-Ne лазера (рис. 8, VIII-X) появление эффекта "апельсиновой корки" [12] из-за неполного растворения спекающей добавки не зафиксировано. Для того, чтобы подтвердить полное растворение диоксида гафния в решётке Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> необходимы дополнительные исследования, а именно – выполнить рентгенофазовый анализ полученных керамик.



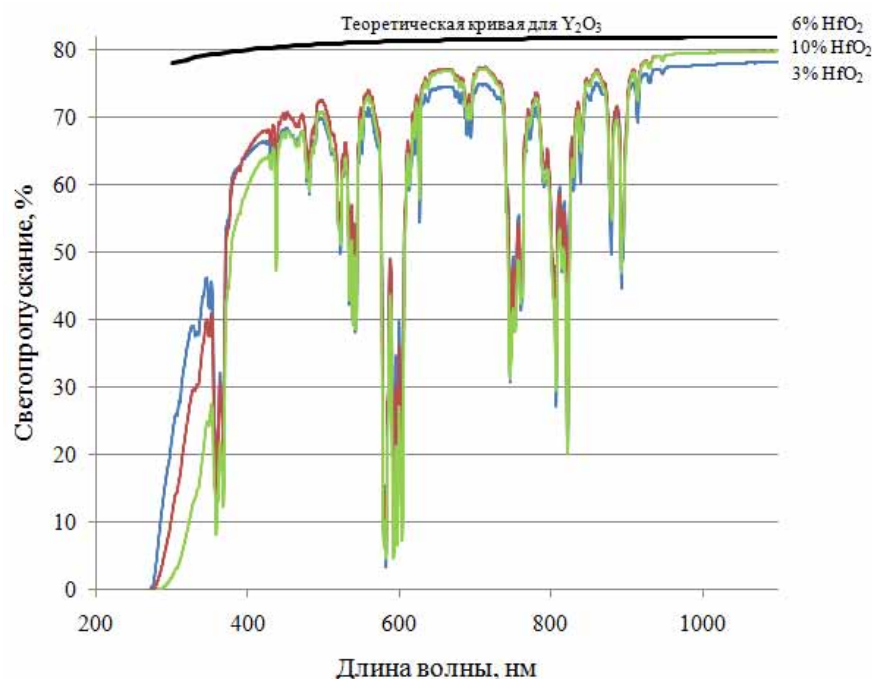


Рис. 9 – Спектры пропускания синтезированных Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–HfO<sub>2</sub> керамик

Измерение спектров люминесценции производилось с использованием для накачки лазерного светодиода типа АТС мощностью 3 Вт на длине волны  $\lambda=808\pm3$  нм для иона Nd<sup>3+</sup>, а также с помощью регистрирующего устройства, состоящего из фотодиода ФД-24К и осциллографа Tektronix TDS-520. Присутствие ионов гафния в Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> керамике приводит к уширению полос излучения в диапазоне длин волн 1040–1090 нм из-за штарковского расщепления уровней <sup>4</sup>F<sub>3/2</sub> и <sup>4</sup>I<sub>11/2</sub>. В выбранном диапазоне две полосы сливаются, при этом ширина увеличивается с 10 до 37 нм на уровне 0.3 от максимальной интенсивности свечения.

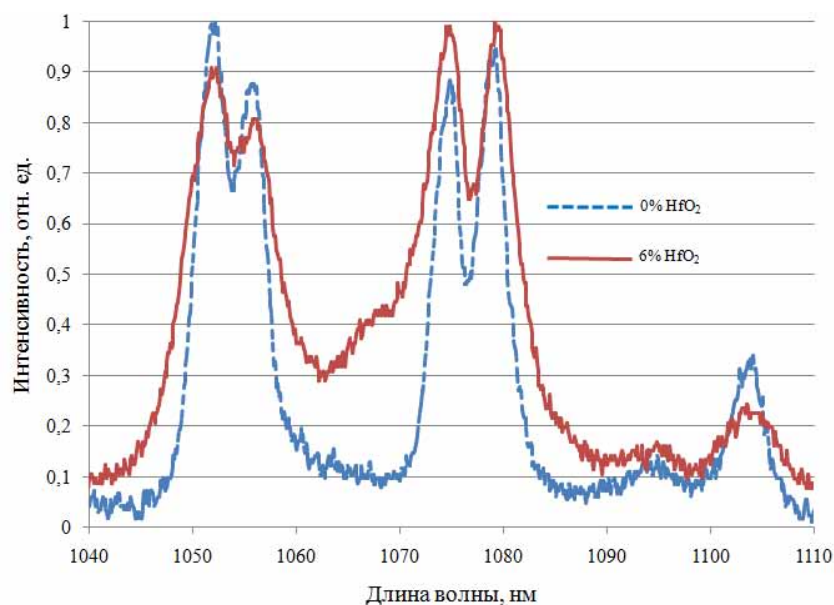


Рис. 10 – Спектры люминесценции Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Nd:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–6 мол.% HfO<sub>2</sub> керамик

Интересным остаётся тот факт, что эффективное время жизни уровня  $^4F_{3/2}$  иона  $Nd^{3+}$  увеличивается по мере роста концентрации  $HfO_2$  в образцах. Так, если для беспримесной керамики  $Nd:Y_2O_3$  время жизни уровня составляло 190 мс, то для концентраций  $HfO_2$  1, 3, 6 и 10 мол.% этот параметр возрастал до 200, 205, 215 и 220 мс, соответственно. По-видимому, присутствие ионов гафния в решётке  $Y_2O_3$  приводит к формированию неких дефектов, которые являются акцепторами для уровня  $^4F_{3/2}$  иона  $Nd^{3+}$ . Однако, высказанное предположение требует дополнительных исследований.

Таким образом, в ходе проведения второго этапа работ по проекту удалось установить следующее:

1. по данным дилатометрических измерений, усадка компактов, приготовленных из прокаленных нанопорошков, происходит однороднее, чем в случае нанопорошков с метастабильной фазой;
2. согласно спектрам пропускания керамик, оптимальная концентрация спекающей добавки, обеспечивающей наибольшую прозрачность, лежит в пределах от 6 до 10 мол.%. Однако, теплофизические, механические и другие характеристики керамики деградируют по мере увеличения содержания посторонних примесей. Поэтому необходима дальнейшая оптимизация содержания спекающих добавок;
3. введение диоксида гафния в  $Y_2O_3$  приводит к уширению спектральной полосы генерационного перехода иона  $Nd^{3+}$  с 10 до 37 нм по уровню 0.3 от максимальной интенсивности люминесценции;
4. эффективное время жизни уровня  $^4F_{3/2}$  иона  $Nd^{3+}$  увеличивается на 15% при допировании керамики 10 мол.%  $HfO_2$ .

### **3.3. Получение и характеристики $(Ho_{0.01}Y_{0.99})_2O_3-ZrO_2$ керамик**

В третьей части исследовательской работы, учитывая результаты предыдущих этапов, основное внимание уделялось синтезу керамик, допированных ионами гольмия ( $Ho^{3+}$ ). При этом все технологически операции схожи с теми, что приведены на блок-схеме рис. 7. Концентрация спекающей добавки (в данном случае,  $ZrO_2$ ) составляла 5 мол.%, а давление прессования – 200 и 300 МПа. Спектры пропускания синтезированных образцов приведены на рис. 10. Согласно полученным данным, при давлении прессования нанопорошка 300 МПа и при прочих равных условиях реализуется наилучшее светопропускание  $(Ho_{0.01}Y_{0.99})_2O_3-5$  мол.%  $ZrO_2$  керамики, равное 82.1% на длине волны 1.06 мкм. Это значение несколько превышает расчётное для  $Y_2O_3$  ввиду того, что при введении примесных ионов показатель преломления материала немного уменьшается и, следовательно, максимальное светопропускание увеличивается.

Используя вышеописанный метод создан образец керамики диаметром 22 мм (рис. 11, слева) со светопропусканием 80.8% на длине волны 1.06 мкм. Образец малого диаметра отправлен в Институт лазерной физики СО РАН для исследования его генерационных характеристик.

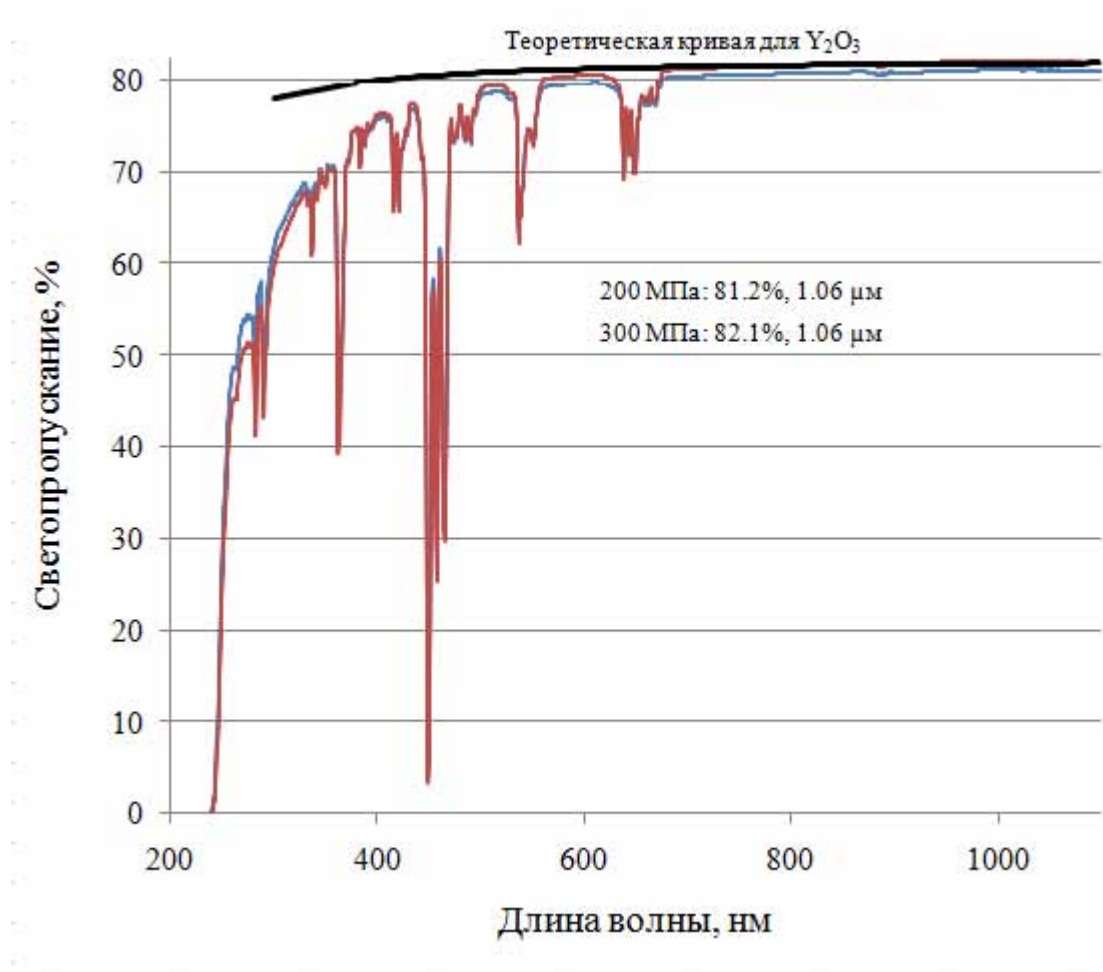


Рис. 11 – Спектры пропускания  $(Ho_{0.01}Y_{0.99})_2O_3$ –5 мол.%  $ZrO_2$  керамик

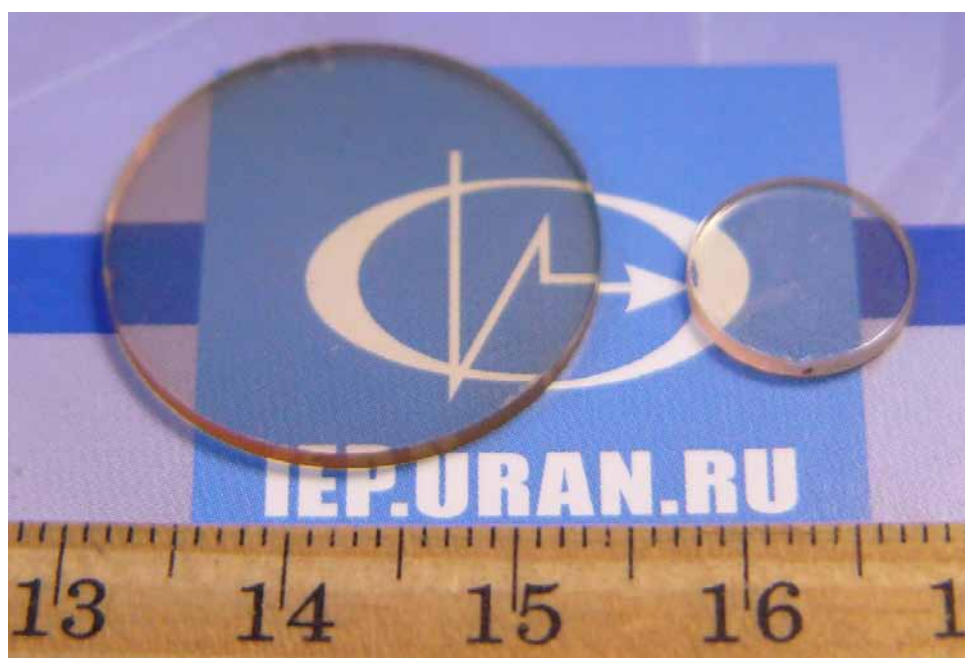


Рис. 12 – Фотографии образцов  $(Ho_{0.01}Y_{0.99})_2O_3$ –5 мол.%  $ZrO_2$  керамики среднего и малого диаметра

#### 4. Заключение

Основные результаты, полученные в ходе выполнения работы, следующие:

1. установлены оптимальные режимы обжига нанопорошка ( $1100^{\circ}\text{C}$  в течение 3 часов), давление прессования (300 МПа) и количество спекающей добавки (5 – 6 мол.%), обеспечивающие наилучшие характеристики керамик;
2. синтезированы высокопрозрачные образцы  $\text{Ho:Y}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ ,  $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3\text{--HfO}_2$  и  $(\text{Yb:Lu}_x\text{Y}_{1-x})_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$  керамик с близким к теоретическому светопропусканием, соответственно 82.1, 79.8 и 80.6% на длине волны 1.06  $\mu\text{m}$ ;
3. у образцов, полученных непосредственно из нанопорошков сложного химического состава, эффект "апельсиновой корки" отсутствует;
4. найдено, что введение  $\text{HfO}_2$  в керамику на основе оксида иттрия способствует уширению спектральной полосы генерационного перехода иона  $\text{Nd}^{3+}$  с 10 до 37 нм на уровне 0.3 от максимальной интенсивности люминесценции, а также увеличению эффективного времени жизни уровня  $^4\text{F}_{3/2}$  данного иона до 15%;
5. показана возможность синтеза высокопрозрачной керамики среднего диаметра (до 22 мм).

Автор настоящего отчёта выражает благодарность всему коллективу лаборатории квантовой электроники, а в особенности заведующему Осипову В.В., м.н.с. Шитову В.А, с.н.с. Платонову В.В. и с.н.с. Орлову А.Н.

Основные результаты работы будут доложены автором на международной конференции "9<sup>th</sup> Laser Ceramics Symposium", 02 – 06 декабря 2013, Тэджон, Корея (см. [6](#). Приложения).



## 5. Список использованных источников

1. A. Ikesue, T. Kinoshita, K. Kamata, K. Yoshida. Fabrication and optical properties of high-performance polycrystalline Nd:YAG ceramics for solid-state lasers. // J. Am. Ceram. Soc., 1995, №4.
2. K. Serivalsatit, B. Kokuoz, B. Yazgan-Kokuoz, M. Kennedy, J. Ballato. Synthesis, processing, and properties of submicrometer-grained highly transparent yttria ceramics. // J. Am. Ceram. Soc., 2010, №5.
3. Бакунов В.С., Беляков А.В., Лукин Е.С., Шаяхметов У.Ш. Оксидная керамика: спекание и ползучесть. М.:РХТУ им. Д.И. Менделеева, 2007, 584 с.
4. Saikawa, Y. Sato, T. Taira, A. Ikesue. Femtosecond Yb<sup>3+</sup>-doped Y<sub>3</sub>(Sc<sub>0.5</sub>Al<sub>0.5</sub>)<sub>2</sub>O<sub>12</sub> ceramic laser. // Opt. Mat., 2007, №29.
5. M. Tokurakawa, A. Shirakawa, K. Ueda, H. Yagi, T. Yanagitani, A.A. Kaminskii. Continuous-wave and mode-locked laser operations based on Yb<sup>3+</sup>:(YGd<sub>2</sub>)Sc<sub>2</sub>(GaAl<sub>2</sub>)O<sub>12</sub> disordered ceramic. // Lasers and Electro-Optics, 2009, Paper CFO3.
6. M. Tokurakawa, K. Takaichi, A. Shirakawa, K. Ueda, H. Yagi, S. Hosokawa, T. Yanagitani, A.A. Kaminskii. Diode-pumped 188 fs mode-locked Yb<sup>3+</sup>:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic laser. // Opt. Express, 2006, №14.
7. M. Tokurakawa, K. Takaichi, A. Shirakawa, H. Yagi, S. Hosokawa, T. Yanagitani, A.A. Kaminskii. Diode-pumped 65 fs Kerr-lens mode-locked Yb<sup>3+</sup>:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and nondoped Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> combined ceramic laser. // Opt. Lett., 2008, №12.
8. M. Tokurakawa, A. Shirakawa, K. Ueda, H. Yagi, M. Noriyuki, T. Yanagitani, A.A. Kaminskii. Diode-pumped ultrashort-pulse generation based on Yb<sup>3+</sup>:Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Yb<sup>3+</sup>:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic multi-gain-media oscillator. // Optics Express, 2009, № .
9. V.V. Osipov, Yu.A. Kotov, M.G. Ivanov, O.M. Samatov, V.V. Lisenkov, V.V. Platonov, A.M. Murzakaev, A.I. Medvedev, E.I. Azarkevich. Laser synthesis of nanopowder. // Laser Phys., 2006, №1.
10. L. Vegard. Die Konstitution der Mischkristalle und die Raumfüllung der Atome. // Zeitschrift für Physik, 1921, №17.
11. A.A. Kaminskii, K. Ueda, A.F. Konstantinova, H. Yagi, T. Yanaginati, A.V. Butashin, V.P. Orekhova, J. Lu, K. Takaichi, T. Uematsu, M. Musha, A. Shirakawa. Lasing and refractive indices of nanocrystalline ceramics of cubic yttrium oxide Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> doped with Nd<sup>3+</sup> and Yb<sup>3+</sup> ions. // Crystallography Reports, 2003, №6.
12. G. Greskovich, J.P. Chernoch. Polycrystalline ceramic lasers. // J. Appl. Phys., 1974, №10.

## **6. Приложения**

1. Рукопись статьи "Керамика с разупорядоченной структурой кристаллического поля", направленная в редакцию журнала "Известия вузов. Физика" для публикации на 10 л;
2. Тезисы международной конференции "9<sup>th</sup> Laser Ceramics Symposium", 02 – 06 декабря 2013, Тэджон, Корея" на 1 л.